

F2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-230876

(43) 公開日 平成7年(1995)8月29日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup> 識別記号 F I  
H05B 3/18 7512-3K  
3/20 356

審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全10頁)

(21) 出願番号 特願平6-5343  
(22) 出願日 平成6年(1994)1月21日  
(31) 優先権主張番号 特願平5-344597  
(32) 優先日 平5(1993)12月20日  
(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000004064  
日本碍子株式会社  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号  
(72) 発明者 新居 裕介  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日  
本碍子株式会社内  
(72) 発明者 牛越 隆介  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日  
本碍子株式会社内  
(72) 発明者 左近 淳司  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日  
本碍子株式会社内  
(74) 代理人 弁理士 杉村 暁秀 (外5名)

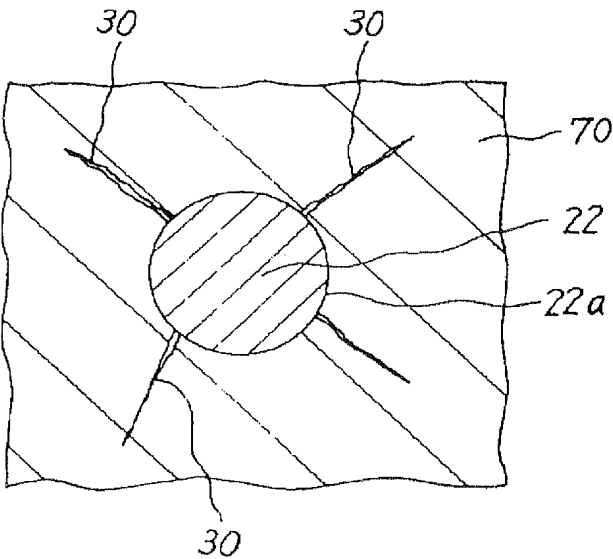
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックスヒーター及び加熱装置

(57) 【要約】

【目的】 窒化アルミニウム基体を使用したセラミックスヒーターにおいて、セラミックスヒーターを繰り返し昇温一降温試験に供したときに、抵抗発熱体の周辺で、基体にクラックが発生し、進展するのを防止することである。

【構成】 基体70は窒化アルミニウムからなる。抵抗発熱体22は、高融点金属からなり、基体70に埋設されている。端子が、抵抗発熱体22に対して電氣的に接続され、基体70に埋設されている。基体70の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって、端子が形成されている。基体70の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって、抵抗発熱体22が形成されている。好ましくは、抵抗発熱体22がモリブデンからなるか、又は、モリブデン—タングステン合金からなり、この合金内におけるモリブデンの比率が50～100%である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】窒化アルミニウムからなる基体と；この基体に埋設された、高融点金属からなる抵抗発熱体と；この抵抗発熱体に対して電気的に接続され、前記基体に埋設された端子とを備えたセラミックスヒーターであって、

前記基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって前記端子が形成されており、前記基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって前記抵抗発熱体が形成されている、セラミックスヒーター。

【請求項 2】前記抵抗発熱体がモリブデンからなることを特徴とする、請求項 1 記載のセラミックスヒーター。

【請求項 3】前記抵抗発熱体が、モリブデンタングステン合金からなり、この合金内におけるモリブデンの比率が 5 0 ～ 1 0 0 % であることを特徴とする、請求項 1 記載のセラミックスヒーター。

【請求項 4】請求項 1 記載のセラミックスヒーターと、このセラミックスヒーターを冷却する冷却手段とを備えていることを特徴とする、加熱装置。

【請求項 5】セラミックスヒーターを冷却する際に、6 0 ° C / 分以上の速度で降温させるように構成されていることを特徴とする、請求項 4 記載の加熱装置。

【請求項 6】窒化アルミニウムからなる基体と；この基体に埋設された抵抗発熱体と；この抵抗発熱体に対して電気的に接続され、前記基体に埋設された端子とを備えたセラミックスヒーターであって、

前記基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって前記端子が形成されており、前記抵抗発熱体が、前記基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属からなる本体と、この本体の外側に存在する高融点金属の炭化物層と、この炭化物層の外側に存在する高融点金属の酸化層とからなる、セラミックスヒーター。

【請求項 7】前記高融点金属が、モリブデンを含有する合金又はモリブデンであり、前記炭化物が炭化モリブデンであり、前記酸化物が酸化モリブデンである、請求項 6 記載のセラミックスヒーター。

【請求項 8】請求項 6 記載のセラミックスヒーターと、このセラミックスヒーターを冷却する冷却手段とを備えていることを特徴とする、加熱装置。

【請求項 9】セラミックスヒーターを冷却する際に、6 0 ° C / 分以上の速度で降温させるように構成されていることを特徴とする、請求項 8 記載の加熱装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【 0 0 0 1 】

【産業上の利用分野】本発明は、プラズマ CVD、減圧 CVD、プラズマエッチング、光エッチング装置、合金やガラスの溶融固化装置等に好適に使用できる、セラミックスヒーター及び加熱装置に関するものである。

## 【 0 0 0 2 】

【従来の技術】従来、エッチング装置、化学的気相成長

装置等の半導体装置においては、いわゆるステンレスヒーターや、間接加熱方式のヒーターが一般的であった。しかし、これらの熱源を用いると、ハロゲン系腐食性ガスの作用によってパーティクルが発生することがあり、また熱効率が悪かった。こうした問題を解決するため、本発明者は、緻密質セラミックス基材の内部に、高融点金属からなるワイヤーを埋設したセラミックスヒーターを提案した。このワイヤーは、円盤状基材の内部で螺旋状に巻回されており、かつこのワイヤーの両端に端子を接続する。こうしたセラミックスヒーターは、特に半導体製造用として優れた特性を有していることが判った。

【 0 0 0 3 】こうしたセラミックスヒーターを製造する際には、高融点金属からなる線体やワイヤーを巻回して巻回体を得、この巻回体の両端に端子を接続する。一方、プレス成形機内にセラミックス粉末を仕込み、ある程度の硬さになるまで予備成形する。この際、予備成形体の表面に、所定の平面的パターンに沿って、連続的な凹部ないし溝を設ける。巻回体をこの凹部に収容し、この上にセラミックス粉末を充填し、セラミックス粉末を一軸加圧成形して円盤状成形体を作成し、円盤状成形体をホットプレス焼結させる。

【 0 0 0 4 】セラミックスヒーターの形状を円盤状にしたのは、以下の理由からである。従来のステンレスヒーターの場合には、半導体ウエハー加熱面と抵抗発熱体の端子とは、大きく離れており、端子と外部の電力供給用ケーブルとは、半導体製造装置の容器の外で結合されていた。加熱部分は高温であって、腐食性雰囲気曝されるが、端子と電力供給ケーブルとの結合部分は、こうした高温や腐食性雰囲気には曝されなかった。これに対し、上記のセラミックスヒーターを製造する際には、抵抗発熱体をセラミックス粉末内に入れて一軸加圧成形するため、生産性の観点から、円盤形状等の単純な成形形状を採用しなければならない。焼成段階でも、成形体をホットプレス焼結するので、やはり円盤形状等の単純な成形形状を採用しなければならない。しかも、焼成後の焼成体の表面には、黒皮と呼ばれる焼成変質層があるので、加工によりこの焼成変質層を除去しなければならない。このときには、ダイヤモンド砥石等による研削加工が必要である。従って、焼成体の形状が複雑であると、研削加工のコストが非常に高くなる。このように、抵抗発熱体を埋設したセラミックスヒーターでは、製造上の困難さから、円盤状等の単純な形状を採用しなければならない。従って、ヒーターの端子を半導体製造装置の容器の外に出すことは、構造上、非常に困難である。必然的に、端子が、高温、腐食性ガスにさらされることになる。

【 0 0 0 5 】この問題を解決するため、本出願人は、特開平 4 - 8 7 1 7 9 号公報において、セラミックスヒーターの端子と電力供給部材とを、耐熱性、耐腐食性の結合によって結合する方法を開示した。この場合、端子の

直径を大きくし、抵抗発熱体の端部を端子に結合する必要がある。

【0006】しかし、この方法によってセラミックスヒーターを製造したところ、更に次の問題が生ずることが判明した。即ち、上記の端子を抵抗発熱体の両端に結合し、抵抗発熱体と端子とをセラミックス粉末中に埋設し、この粉末を成形、ホットプレス焼成するのであるが、焼成後の収縮の段階で、端子の周辺で、セラミックス基体にクラックが生ずることがあった。この問題を解決するため、本出願人は、特開平5-101871号公報において、セラミックス基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって、端子を形成する技術を開示した。この構成により、端子の周辺で、セラミックス基体にクラックが発生しなくなった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかし、この公報記載のセラミックスヒーターにおいて、更に次の問題が生ずることを発見した。即ち、上記の公報では、好ましくは、セラミックス基材を窒化アルミニウムで形成し、窒化アルミニウムよりも熱膨張率が大きいモリブデンによって端子を形成した。また、抵抗発熱体については、上記のような焼成収縮時のクラックは発生しなかったもので、抵抗発熱体をタングステンで形成した。抵抗発熱体の材質としてタングステンを選択したのは、焼成時の高温に対して、タングステンが相対的に高い安定性を有しているからである。

【0008】このセラミックスヒーターを、ホットプレス焼成法によって製造してみたが、端子の周辺、抵抗発熱体の周辺で、基材にクラックは生じていなかった。この点で、特開平5-101871号公報に記載された上記の方法は有効であった。しかし、このセラミックスヒーターの寿命を試験する過程で、これとまったく異なった、意外な実験結果に逢着することになった。

【0009】即ち、本発明者は、このセラミックスヒーターを、800°Cと室温との間で、温度上昇—下降の繰り返し試験に供した。この結果、抵抗発熱体の周辺で、窒化アルミニウム基材にクラックが発生し、このクラックが進展してくるのを見いだした。このクラックは、ホットプレス焼結の後には、まったく見られなかったものであり、昇温—降温の繰り返し試験によって、初めて生じたものであった。

【0010】本発明の課題は、窒化アルミニウム基体を使用したセラミックスヒーターにおいて、セラミックスヒーターを繰り返し昇温—降温試験に供したときに、抵抗発熱体の周辺で、基体にクラックが発生し、進展するのを防止することである。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明に係るセラミックスヒーターは、窒化アルミニウムからなる基体と；この基体に埋設された、高融点金属からなる抵抗発熱体と；

この抵抗発熱体に対して電氣的に接続され、基体に埋設された端子とを備えており、基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって端子が形成されており、かつ基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって抵抗発熱体が形成されていることを特徴とする。

【0012】また、本発明に係るセラミックスヒーターは、窒化アルミニウムからなる基体と；この基体に埋設された抵抗発熱体と；この抵抗発熱体に対して電氣的に接続され、基体に埋設された端子とを備えており、基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって端子が形成されており、抵抗発熱体が、基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属からなる本体と、この本体の外側に存在する高融点金属の炭化物層と、この炭化物層の外側に存在する高融点金属の酸化物層とからなることを特徴とする。

【0013】

【作用】本発明者は、ホットプレス焼結後にはまったく見られなかったクラックが、セラミックスヒーターを温度上昇—下降の繰り返し試験に供すると、発生、進展する理由について、検討した。この結果、基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって抵抗発熱体を形成すると、温度上昇—下降の繰り返しに起因するクラックを防止できるのを見いだし、本発明を完成した。

【0014】この作用について、更に説明する。図1の概略図に示すように、抵抗発熱体22は、基体70内に埋設されている。抵抗発熱体22の外周面22aが、基体70に接触している。セラミックスヒーターを温度上昇—下降サイクルに供すると、基体70に引っ張り応力が発生し、径方向に延びるマイクロクラック30が生じ、このクラック30が進展するものと考えられる。

【0015】ここで、基体70の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属によって抵抗発熱体22を形成すると、温度上昇—下降サイクルの間に、基体70に加わる引張応力が解消され、この結果、基体70におけるマイクロクラックの発生とその進展とが、抑制されるものと思われる。

【0016】

【実施例】図2は、本発明のセラミックスヒーターにおいて、端子31の周辺を概略的に示す断面図である。基体70は窒化アルミニウムからなる。この窒化アルミニウムには、希土類元素の酸化物、希土類元素のハロゲン化合物等の添加剤、焼結助材を添加することができる。

【0017】特に、半導体製造装置用のセラミックスヒーターの場合には、窒化アルミニウムを基材とするのが好ましいことが解った。即ち、半導体製造装置で使用するC1F<sub>4</sub>等のハロゲン系腐食性ガスに対して、窒化アルミニウムが非常に良好な耐蝕性を有していることが判明したからである。

【0018】本実施例では、抵抗発熱体22は、螺旋状に巻回された巻回体からなる。この巻回体の平面的パターンないし配置は、適宜変更することができる。例えば、この巻回体を、平面的に見て、渦巻き状に配置することができる。抵抗発熱体22の末端には、後述する端子31が結合される。図示しない電力供給ケーブルの末端には、棒状の端子36が設けられている。端子36と端子31とが、後述するように結合されている。この電力供給ケーブルを介して外部から電力を供給する。これにより、セラミックスヒーターを、例えば最高1100

°C、更には1200°Cまで加熱することができる。【0019】次いで、端子31の構成について説明する。本実施例は、端子31と抵抗発熱体22とを、いわゆる「かしめ」圧着によって接合するものである。端子31は、高融点金属から形成されており、円柱状の本体31aと円筒状の圧着部とからなる。

【0020】この円筒状の圧着部内の空間32に、抵抗発熱体22の端部41を挿入し、円筒状の圧着部に圧力を加え、圧着部を押しつぶして、平らな筒状にまで変形させる。この平らな筒状の圧着部31b内の空間32

に、端部41を固定する。この「かしめ」工程においては、端子31を800°C以上の高温で、ガス還元雰囲気下に加熱することが好ましい。こうして、抵抗発熱体22と端子31とが結合される。

【0021】この基体70の背面39側を研削加工し、図2に示すように、端子31の端面35を露出させる。端子31には雌ネジ33を設け、雌ねじ33に、端子36の雄ネジ36aを嵌め合わせる。

【0022】本発明に従い、端子31を、窒化アルミニウムからなる基体70の熱膨張率よりも大きい熱膨張率を有する高融点金属によって、形成する。かつ、抵抗発熱体22を、窒化アルミニウムからなる基体70の熱膨張率よりも大きい熱膨張率を有する高融点金属によって、形成する。以下、窒化アルミニウムと、各高融点金属との熱膨張率(20°C~1400°Cにおける熱膨張率)を示す。[Mo(70)/W(30)]とは、タングステンの比率が30%であり、モリブデンの比率が70%であることを示す。

【0023】

【表1】

ロジウム	$8.30 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
ニオブ	$7.31 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
イリジウム	$6.8 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
レニウム	$6.70 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
タンタル	$6.5 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
モリブデン	$6.4 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
Mo(70)/W(30)	$5.6 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
Mo(50)/W(50)	$5.4 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
窒化アルミニウム	$5.4 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
Mo(30)/W(70)	$5.0 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
タングステン	$4.7 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$
オスミウム	$4.6 \times 10^{-6} / ^\circ \text{C}$

【0024】表1から判るように、抵抗発熱体22を形成する高融点金属としては、ロジウム、ニオブ、イリジウム、レニウム、タンタル、モリブデン及びこれらの合金を使用できることが判る。更に、本発明者は、これらの各金属を抵抗発熱体8の材料として使用し、ホットプレス焼結によってセラミックスヒーターを製造してみた。

【0025】この結果、ロジウム、ニオブ、イリジウム、レニウム、タンタルによって抵抗発熱体22を形成した場合には、これらの各金属と窒化アルミニウムとが若干反応し、ホットプレス焼結前に比べて、ホットプレス焼結後に、抵抗発熱体22の抵抗値が相当増大することが判明した。モリブデンによって抵抗発熱体22を形成した場合には、この抵抗値の増大量が、相対的に少な

いことも確認した。

【0026】また、これらの各金属とタングステンとの合金も、その合金の熱膨張率が窒化アルミニウムの熱膨張率よりも大きければ、使用できる。この合金の中で、モリブデンとタングステンとの合金が、最も好ましく使用できる。ただし、このモリブデン-タングステン合金内におけるモリブデンの比率を、50%以上とする必要がある。

【0027】露出面35の面積は、雌ねじを形成するのに十分な大きさにすることが必要である。このように、電力供給部材と端子との間で、耐熱性、耐腐食性の結合を形成するためには、露出面35の面積を、10mm<sup>2</sup>以上とすることが必要である。

【0028】図3に示す抵抗発熱体22の直径1は、

0. 3mm~0. 6mmとすることが好ましい。抵抗発熱体 2 2 の直径 1 が 0. 3mm未満であると、焼成後、線材中における反応層の割合が大きくなるため、抵抗値の上昇やバラツキの増大が顕著となる。また、抵抗発熱体の直径を小さくすると、巻回体のピッチを大きくする必要があるのである。こうした、抵抗発熱体の直径が小さく、巻回体のピッチが大きい巻回体を、成形体の中に埋設する際には、取扱が難しく、巻回体が変形し易い。

【0029】抵抗発熱体 2 2 の直径 1 が 0. 6mmを越えると、抵抗発熱体 2 2 が固くなり、スプリングバック 10 が大きくなるため、製造時における抵抗発熱体の取扱が困難になる。

【0030】以下、更に具体的な実験結果について説明する。前述したようにして、図 2 に示す、抵抗発熱体 2 2 と端子 3 1 との結合体を製造した。窒化アルミニウム粉末としては、5 重量%の Y<sub>2</sub> O<sub>3</sub> を添加したものを使用した。窒化アルミニウム粉末を予備成形した。この際、予備成形体の表面に、渦巻き状の所定の平面的パターンに沿って、連続的な凹部ないし溝を設けた。

【0031】抵抗発熱体 2 2 と端子 3 1 との結合体をこ 20

抵抗発熱体 8 の材質	基体 7 が破損するまでの 温度上昇—下降サイクル数
モリブデン	1 0 0 0 回後も破損しない
Mo ( 7 0 ) / W ( 3 0 )	9 2 1 回
Mo ( 5 0 ) / W ( 5 0 )	7 0 7 回
Mo ( 3 0 ) / W ( 7 0 )	3 1 回
タングステン	8 回

【0035】表 2 から明らかなように、窒化アルミニウム 30 よりも熱膨張率が小さいタングステン、タングステン—モリブデン合金 [ Mo ( 3 0 ) / W ( 7 0 ) ] によって抵抗発熱体 2 2 を形成した場合には、抵抗発熱体 2 2 と基体 7 0 との界面において、ヒートサイクルによってマイクロクラックが発生し、このマイクロクラックが、ヒートサイクルによって進展し、基体 7 0 の破損に至っている。

【0036】一方、窒化アルミニウムよりも熱膨張率が大きいモリブデン、タングステン—モリブデン合金 [ Mo ( 5 0 ) / W ( 5 0 ) 、 Mo ( 7 0 ) / W ( 3 0 ) ] 40 によって抵抗発熱体 2 2 を形成した場合には、基体 7 0 が破損するまでの温度上昇—下降のサイクルの数を、大幅に増大させることができ、改善することができた。

【0037】特に、純粋なモリブデンを使用した場合には、1 0 0 0 サイクルを実施した場合にも、基体 7 0 の破損は生じておらず、ヒートサイクルに対する耐久性が最も大きいので、特に好ましい。

【0038】次に、本発明者は、上記の実験結果において、ヒートサイクルに対する耐久性が最も優れていた実施例、即ち、抵抗発熱体の材料としてモリブデン単体を 50

の溝に收容し、この上に窒化アルミニウム粉末を充填し、粉末を一軸加圧成形して円盤状成形体を作成した。円盤状成形体を、1 9 0 0 ° C で 2 時間、ホットプレス焼結させ、焼結体を放冷した。

【0032】各実施例ともに、端子 3 1 をモリブデンで形成した。抵抗発熱体 2 2 の材質を、下記の表 2 に示すように選択した。抵抗発熱体 2 2 の直径は 0. 5mmとした。各実施例のセラミックスヒーターを、5 0 ° C と 8 0 0 ° C との間で、温度上昇—下降サイクル試験に供した。

【0033】温度上昇時には、1 0 ° C / 分の速度で温度を上昇させた。温度が 8 0 0 ° C に到達すると、8 0 0 ° C で 2 時間保持した。この後、温度下降時には、1 0 ° C / 分の速度で、温度を下降させた。この温度上昇—下降工程を、1 サイクルとする。この温度上昇—下降サイクルを最大 1 0 0 0 回実施し、抵抗発熱体 8 の周辺での基体 7 0 の破壊の有無を確認した。

【0034】

【表 2】

使用した実施例について、更に研究を行った。この実施例において、ヒートサイクルに対する耐久性が、特に顕著に向上したからである。

【0039】この結果、抵抗発熱体が、基体の熱膨張率以上の熱膨張率を有する高融点金属からなる本体と、この本体の外側に存在する高融点金属の炭化物層と、この炭化物層の外側に存在する高融点金属の酸化層とからなる場合に、特にヒートサイクルに対する耐久性が顕著に向上することを、見いだした。特に、この高融点金属が、モリブデンやモリブデンを含有する合金である場合に、モリブデンからなる本体の外側に、炭化モリブデン層、酸化モリブデン層が形成されることが判明した。

【0040】上記のようにして、セラミックスヒーターを製造した。ただし、モリブデンからなるワイヤーの直径を 0. 4mmとし、また、ホットプレス焼結の時間を 4 時間とし、圧力を 2 0 0 k g / c m<sup>2</sup> とした。こうして製造したセラミックスヒーターについて、モリブデンからなる抵抗発熱体の微細構造を、光学顕微鏡写真及び E P M A 分析によって、研究した。

【0041】その結果、本発明者の予想に反して、図 4 に示すように、モリブデンからなる本体 4 3、炭化モリ

ブデン層 (MoCx層) 44及び酸化モリブデン層 (MoOx層) 45の積層構造からなる、抵抗発熱体42が生成していた。こうした積層構造を有する抵抗発熱体42が生じている場合には、特に、ヒートサイクルに対する耐久性が顕著に向上したのである。

【0042】即ち、光学顕微鏡写真で観察すると、酸化モリブデン層 (MoOx層) 45の薄層が、黄色に着色しているのを、明瞭に観察することができた。

【0043】更に、上記したEPMA分析の結果を解析した結果を述べる。本発明者は、抵抗発熱体の断面について、EPMA分析によって、モリブデンの分布状態、炭素の分布状態及び酸素の分布状態を、それぞれ確認した。この結果、抵抗発熱体42の内部ではモリブデンがほぼ均一に分布していた。この一方、抵抗発熱体42の外周付近では、内部に比べてモリブデンの強度が低く、モリブデンの分布量が少なくなっていた。

【0044】炭素の分布状態を観察すると、抵抗発熱体42の外周側付近に、炭素が多く存在していた。これは、炭化モリブデン層 (MoCx層) 44の存在を示している。更に、酸素の分布状態を観察すると、炭素の存在する層のすぐ外側に、酸素が多く存在することが分かった。これは、酸化モリブデン層 (MoOx層) 45の存在を示している。

【0045】炭化モリブデン層44は、成形体中に含有される残留有機バインダーや、ホットプレス焼成時の雰囲気から、炭素が混入したために、生じたものと、考えられる。また、酸化モリブデン層 (MoOx層) 45は、窒化アルミニウムの表層に生成しているアルミナや、焼結助材として添加したイットリアから、焼成時に酸素が抜け、モリブデンと反応したことにより、生じたものと考えられる。

【0046】こうした積層構造により、上記のような作用効果が得られる理由は、明らかではない。しかし、酸化モリブデン層45が、保護膜ないし応力緩和層として機能しているのではないかと、考えられる。

【0047】なお、本発明者は、上記の実施例において、抵抗発熱体の材料としてタングステンを使用した場合についても、上記のように、走査型電子顕微鏡写真及びEPMA分析を実施した。この結果、タングステンからなる本体の外周面が、タングステンカーバイドからなる薄膜によって、覆われていることを確認した。この場合には、タングステンカーバイドからなる薄膜は、基材の破壊を防止する作用を、特に発揮してはいなかった。

【0048】セラミックスヒーターにおいて、抵抗発熱体22の断面形状は、三角形、四辺形、六角形、八角形等とすることができる。また、上記の例では、抵抗発熱体22を螺旋状に巻回させたが、平面的に波形に配置することができる。

【0049】端子31の本体31aの形状は種々変更でき、例えば三角柱状、楕円柱状、四角柱状、六角柱状等

とすることができる。また、端子に対して抵抗発熱体を接合する方法としては、上記の「かしめ」の他、巻き付け、溶接などが考えられる。

【0050】上記各例において、セラミックスヒーターの形状は、円形ウエハーを均等に加熱するためには円盤状とするのが好ましいが、他の形状、例えば四角盤状、六角盤状等としてもよい。上記の実施例では、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加した窒化アルミニウムを用いた。この添加剤を変更することにより、窒化アルミニウムの熱膨張率を若干変動させることもできる。

【0051】上記したように、本発明のセラミックスヒーターは、温度上昇—下降サイクルを例えば1000回実施しても、基体が破壊しにくいという優れた耐久性を有しているものである。本発明者は、こうしたセラミックスヒーターの用途を開発するために、更に研究を進めた。その研究の過程で、非常に有用な用途を新たに発見し、新たな加熱装置を発明するに至った。この発明について更に述べる。

【0052】前記したように、本発明のセラミックスヒーターは、プラズマCVD、減圧CVD、プラズマエッチング、光エッチング装置等の半導体製造装置として非常に好適である。このため、本発明者は、まず半導体ウエハーをセラミックスヒーターの加熱面に設置し、加熱する技術について検討した。この検討の過程で、次の問題点を認識するに至った。

【0053】即ち、従来、16DRAMの半導体の量産工場では、設備費が増大しつつあり、半導体ウエハー処理装置には、スループット (ウエハーの処理量) の向上と装置のメンテナンスに必要なダウンタイムの削減とが要求されている。特に、熱CVD、エピタキシャル、スパッタ、エッチング装置では、容器内にヒーターを設置し、このヒーターに半導体ウエハーを設置し、ウエハーを高温に加熱する。

【0054】装置をメンテナンスする際には、セラミックスヒーターがハンドリング可能な温度にまで冷えるのを、待つ必要がある。この冷却時間、低温での作業時間及び加熱に必要な時間の総和が、装置のダウンタイム (休止時間) であり、できるだけ短くすることが要求される。

【0055】しかし、例えばセラミックスヒーターを1000°Cに加熱し、半導体ウエハーを処理した後、抵抗発熱体への電力の供給を停止して基体が80°C以下の温度にまで降温するとき及び80°Cから1000°Cに昇温するのには、通常それぞれ1時間以上の長時間が必要であり、ダウンタイムが長くなっていた。

【0056】従って、特にセラミックスヒーターの応答性を高めることによって、セラミックスヒーターの温度を自在に、急速に変更できるようにし、これによって被加熱物の処理効率を向上させることが、要求されていた。

【0057】また、アルミニウム等の合金の熔融物を放冷して固化させる際や、ガラスの熔融物を放冷して固化させる際には、耐熱性の高いセラミックスヒーターによって試料を熔融させ、熔融物を放冷して固化させ、合金やガラスの固化物を製造することが考えられる。しかし、合金やガラスの放冷工程に時間がかかると共に、特に高温で安定な相からなる合金やガラスを高い生産性で製造することはできなかった。特に、アルミリフロー技術では、ウエハー上にA1をスパッタし、さらにA1を熔融温度以上に加熱し、トレンチへA1を流し込み、その後

にウエハーを急冷する必要があるため、急速冷却することで生産性を向上させ、均熱性を良くすることで品質を高めることができる。

【0058】そこで、本発明者は、前記の本発明に係るセラミックスヒーターと、このセラミックスヒーターを冷却する冷却手段とを備えていることを特徴とする、加熱装置を案出した。これにより、セラミックスヒーターを自在に加熱、冷却することができ、その温度を迅速に、高い応答性で、変化させることができる。従って、試料の処理効率を向上させることができる。

【0059】ただし、このように、セラミックスヒーターに対して、急速昇温に加えて急速降温の機能を付与すると、セラミックスヒーターが、非常に多数回の加熱—冷却サイクルに対して、継続的にさらされることになる。しかし、本発明のセラミックスヒーターは、耐熱性、耐熱衝撃性に加えて、非常に多数回の加熱—冷却サイクルに晒されても、基体が破損しにくいものである。

【0060】しかも、基体を構成する窒化アルミニウムは、セラミックスの中では極めて熱伝導率の高い材料であるので、基体の表面に接触している被加熱物の温度を、非常に高速に、かつ精密に変更することができる。この際の降温速度は、 $60^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以上にするのが、高速応答性の観点から、好ましい。更には、最高 $600^{\circ}\text{C}/\text{分}$ までの高速加熱及び $200^{\circ}\text{C}/\text{分}$ の高速冷却までの応答性が得られる。

【0061】本発明の加熱装置において、試料が半導体ウエハーである場合には、装置をメンテナンスする際には、半導体ウエハーを設置すべきセラミックスヒーターを冷却手段によって冷却することによって、セラミックスヒーターを急速に、ハンドリング可能な温度、例えば $80^{\circ}\text{C}$ にまで冷却することができる。従って、従来に比べてダウンタイムが大きく減少し、半導体のスループットが向上する。

【0062】本発明の加熱装置において、被加熱物が合金やガラスの固化物である場合には、合金やガラスを高温で熱処理した直後に、セラミックスヒーターを冷却手段によって急速に冷却することによって、高温で安定な相からなる合金やガラスを生産することが可能になった。

【0063】また、本発明の加熱装置は、特に、被加熱

物が、精密な温度スケジュールに従った熱処理を要求される場合に有用である。なぜなら、本発明の加熱装置は、迅速な加熱と、迅速な冷却とが可能であるからである。

【0064】冷却手段が、冷却用流体供給装置である場合には、流体の流動によって、セラミックスヒーター及び被加熱物の熱量を迅速に放熱することができる。この冷却用流体としては、圧縮空気、冷却水、熱電素子等を例示することができる。セラミックスヒーターが小さい場合には、熱電素子によっても十分に急速にヒーターを冷却することができる。

【0065】圧縮空気を使用した場合には、ノズルから圧縮空気が噴射するときに、空気の膨張に伴う冷却によって、更に冷却が促進される。

【0066】セラミックスヒーターの冷却面は、好ましくは、被加熱物の設置面以外の面である。この面としては、被加熱物の設置面の反対側の面又は側面があるが、また、セラミックスヒーターの中に凹部又は貫通孔を形成し、この凹部又は貫通孔内へと冷却用流体を送り込んで、ヒーターを冷却することもできる。

【0067】図5は、バッチ式熱CVD装置用のヒーター1を示す平面図であり、図6は、図5のサセプターをV1—V1線に沿って切ってみた断面図である。ヒーター1の基体2は窒化アルミニウムからなり、本例では略円盤形状である。基体2の表面2a側に、それぞれ円形の設置用凹部3が成形されている。本例では、凹部3の数は6個である。

【0068】基体2の内部には、本発明の抵抗発熱体22が埋設されており、抵抗発熱体22の両端部が、それぞれ端子23に対して接続されており、各端子23が、基体2の側面2cに露出している。抵抗発熱体22を、本実施例では、モリブデンとタングステンによって形成した。

【0069】基体2の底面2bには、放熱部として放熱用フィン5を設置した。各凹部3にそれぞれ半導体ウエハー4を設置した。基体2の材質は、AlNとした。表3に、それぞれのモリブデンとタングステンのヒーター1について、冷却テストの比較評価を行った。また、基体2の材質について、異常の有無を調査した。

【0070】各ヒーター1を $1000^{\circ}\text{C}$ にまで昇温させた。フィン5の下側にノズル6を設置しておき、ノズル6の先端から矢印Aのように圧縮空気を噴射させ、圧縮空気をフィン5へと向かって吹きつけることで、ヒーター1を冷却した。このときの圧縮空気の温度（噴射前）は $25^{\circ}\text{C}$ とし、噴射量は $1\text{m}^3/\text{分}$ とした。ヒーター1の寸法は8インチとした。これを100サイクルの繰返し評価を行った。

【0071】

【表3】

実験番号	1	2
抵抗発熱体	モリブデン	タングステン
ウェハー設置面の 降温に必要な 時間(分)	1 0	1 0
基体の状態	変化なし	1 5 サイクル で破損

【0 0 7 2】表 3 から判るように、モリブデン抵抗体 (実験番号 1) を使用した場合には、1 0 0 サイクルの加熱冷却によっても変化が生じない。一方、タングステン抵抗発熱体 (実験番号 2) を使用した場合には、1 5 サイクルの加熱冷却によって基体が破損した。

【0 0 7 3】モリブデン抵抗発熱体を使用した場合に、冷却能力を高くしても、基体の破損が生じない。この降温速度は、僅か数分で 1 0 0 0 ° C 近くまで達する速度であっても、基体の破損を防止できた。従って、こうしたヒーターであれば、非常に高い降温速度で実用的に使用できる。

【0 0 7 4】図 7 は、他の実施例に係るヒーター 1 1 を概略的に示す断面図である。基体 2 の構成部分については、図 5、図 6 に示す基体 2 と同様である。本実施例では、基体 2 の底面 2 b 側に、冷却容器 7 が設置されており、冷却容器 7 の端面と底面 2 b との間が、メタル等オーリング 9 等のシール部材によってシールされている。

【0 0 7 5】冷却容器 7 と底面 2 b との間には、空間 8 が形成されており、冷却容器 7 に、供給口 1 0 と排出口 1 2 とが設けられている。冷却用流体を、矢印 B のように、供給口 1 0 から空間 8 内へと供給し、矢印 C のように、排出口 1 2 から排出する。

【0 0 7 6】図 8 は、更に他の実施例に係るヒーター 2 1 を概略的に示す断面図である。基体 2 の構成部分については、図 5、図 6 に示す基体 2 と同様である。本実施例では、基体 2 の底面 2 b 側に、冷却手段として、熱電素子を使用している。具体的には、底面 2 b に導電膜 1 4 が形成されており、導電膜 1 4 に、P 型半導体膜 1 5 と、N 型半導体膜 1 6 とが、それぞれ接合されている。直流電源 1 7 の正極が P 型半導体膜 1 5 に接続されており、負極が N 型半導体膜 1 6 に接続されている。

【0 0 7 7】

【発明の効果】本発明のセラミックスヒーターによれば、窒化アルミニウム基体を使用したセラミックスヒ-

ターにおいて、窒化アルミニウムからなる基体の熱膨張率よりも大きい熱膨張率を有する高融点金属によって抵抗発熱体が形成されているので、セラミックスヒーターを繰り返し昇温—降温試験に供したときに、抵抗発熱体の周辺で、基体にクラックが発生し、進展するのを防止することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】基体 7 0 内に埋設された抵抗発熱体 2 2 の周辺にクラック 3 0 が発生した状態を、模式的に示す断面図である。

【図 2】端子 3 1 と抵抗発熱体 2 2 との結合部分の周辺を示す概略断面図である。

【図 3】基体 7 0 内に埋設された抵抗発熱体 2 2 とその周辺を、模式的に示す断面図である。

【図 4】モリブデン層 4 3、炭化モリブデン層 (MoC<sub>x</sub> 層) 4 4 及び酸化モリブデン層 (MoO<sub>x</sub> 層) 4 5 の積層構造からなる、抵抗発熱体 4 2 を示す断面図である。

【図 5】バッチ式熱 CVD 装置用のセラミックスヒーター 1 を示す平面図である。

【図 6】図 5 のヒーターを V I—V I 線に沿って切ってみた断面図である。

【図 7】他の実施例に係るヒーター 1 1 を概略的に示す断面図である。

【図 8】更に他の実施例に係る、熱電素子を使用したヒーター 2 1 を概略的に示す断面図である。

【符号の説明】

- 1、1 1、2 1 セラミックスヒーター 2 基体 2  
a 基体の表面 (半導体ウェハーの設置面) 2 b 基  
30 体の底面 (半導体ウェハーの設置面 2 a の反対側の面)  
2 c 側面 3 凹部 4 半導体ウェハー 5 放  
熱フィン 6 圧縮空気の噴射ノズル 7 冷却容器  
9 シール部材 1 0 冷却用流体の供給口 1 2 排  
出口 1 4 導電膜 1 5 P 型半導体膜 1 6 N 型半  
導体膜 1 7 直流電源 2 2 抵抗発熱体 2 2 a  
抵抗発熱体 2 2 の外周面 3 0 抵抗発熱体 2 2 の周  
辺のクラック 3 1 端子 3 1 a 端子の本体 3 1 b  
圧着部 3 6 電力供給ケーブル側の端子 3 9 背  
面 4 1 抵抗発熱体 2 2 の端部 4 3 モリブデンか  
らなる本体 4 4 炭化モリブデン層  
4 5 酸化モリブデン層 7 0 基体 1 抵抗発熱体  
2 2 の直径







# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-230876

(43)Date of publication of application : 29.08.1995

(51)Int.Cl.

H05B 3/18

H05B 3/20

(21)Application number : 06-005343

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 21.01.1994

(72)Inventor : ARAI YUSUKE  
USHIGOE RYUSUKE  
SAKON JUNJI  
UMEMOTO KOUICHI

(30)Priority

Priority number : 05344597 Priority date : 20.12.1993 Priority country : JP

(54) CERAMIC HEATER AND HEATING DEVICE

(57)Abstract:

PURPOSE: To prevent a crack from being generated and developed in a base body around a resistance heating element when a ceramic heater is repeatedly subjected to temperature raising and temperature lowering tests in the ceramic heater using an aluminum nitride base body.

CONSTITUTION: A base body 70 is composed of aluminium nitride. A resistance heating element 22 is composed of high melting point metal, and is embedded in the base body 70. A terminal is electrically connected to the resistance heating element 22, and is embedded in the base body 70. The terminal is formed of high melting point metal having a thermal expansion coefficient not less than a thermal expansion coefficient of the base body 70. The resistance heating element 22 is formed of high melting point metal having a thermal expansion coefficient not less than the thermal expansion coefficient of the base body 70. Preferably, the resistance heating element 22 is composed of molybdenum or is composed of molybdenum-tungsten alloy wherein a ratio of molybdenum is 50 to 100%.

